

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
—
PARIS
—

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 570 080

②1 N° d'enregistrement national :

84 13802

⑤1 Int Cl⁴ : C 12 H 1/22.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 7 septembre 1984.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 11 du 14 mars 1986.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : MOSKOVSKY TEKHNOLIGICHESKY IN-
STITUT PISCHEVOI PROMYSHLENNOSTI et ROSSIISKOE
PROMYSHLENNOE OBIEDINIE PO PROIZVODSTVU
SHAMPANSKOGO, VINOGRADNYKH I PLODOVO-YAGOD-
NYKH VIN. — SU.

⑦2 Inventeur(s) : Jury Kazbekovich Gubiev, Valery Vladimi-
rovich Krasnikov, Valentin Pavlovich Bakulin, Mikhail
Alexeevich Gagarin, Vladimir Viktorovich Ivanov et Zbi-
gnev Nikolaevich Kishkovsky.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Z. Weinstein.

⑤4 Procédé de maturation de boissons fortes et boissons obtenues par ledit procédé.

⑤7 L'invention concerne la fabrication des boissons alcool-
isées.

Le procédé de maturation faisant l'objet de l'invention est
du type comprenant l'activation de douves de bois de chêne
par leur traitement thermique en présence d'un milieu oxygéné,
le vieillissement de la boisson forte en présence des douves
de bois de chêne activées, et la séparation des douves de la
boisson forte vieillie, et est caractérisé en ce qu'on fait subir
aux douves obtenues après la séparation de la boisson forte
vieillie, un traitement thermique par action cyclique sur lesdites
douve d'un champ électromagnétique multimodes d'ondes
stationnaires d'une fréquence de 2000 à 4500 MHz jusqu'à
une température d'échauffement de 35 à 55 °C avec balayage
simultané par un fluide oxygéné, avec extraction des douves
des vapeurs d'alcool jusqu'à ce que la teneur résiduelle des
douve en alcool soit de 5 à 10 %, et en ce que, entre les
cycles d'action du champ électromagnétique multimodes, les
douve sont refroidies par le milieu oxygéné jusqu'à une
température de 15 à 25 °C, et les vapeurs d'alcool sont
piégées par le milieu oxygéné et condensées.

L'invention peut être utilisée notamment dans l'industrie
alimentaire, pharmaceutique, etc.

FR 2 570 080 - A1

D

La présente invention concerne l'industrie du vin et a notamment pour objet un procédé de maturation des boissons fortes qui est utilisé dans les industries alimentaire, pharmaceutique, etc.

5 Les boissons fortes de qualité sont fabriquées à partir d'alcools (alcools servant à la production de boissons du genre cognac, calvados, etc.) qui subissent un vieillissement de longue durée dans des fûts en bois de chêne (jusqu'à 10 à 15 ans et davantage), l'oxygène de
10 l'air s'infiltrant à travers leurs parois et agissant sur l'alcool.

Au cours d'un vieillissement de ce genre les alcools jeunes s'enrichissent en constituants du bois (en tannants) et acquièrent une coloration spécifique ainsi qu'un bouquet
15 et un goût particuliers. La qualité de la boisson forte obtenue est en relation directe avec sa durée de vieillissement (cf. certificat d'auteur URSS N° 871 105).

Toutfois, un tel procédé de maturation des boissons fortes est lié à des pertes importantes et inévitables
20 d'alcool de départ par suite de son évaporation à travers les pores du fût en bois de chêne (jusqu'à 50%), et la technologie utilisée ne permet pas l'application aux fûts de revêtements extérieurs composés de matières d'étanchement. En outre, le vieillissement prolongé de
25 l'alcool dans des fûts en bois de chêne conduit à une consommation importante et à une utilisation inefficace des douves de bois de chêne de qualité ayant subi un stockage de longue durée et qui ne sont pas toujours faciles à se procurer dans l'industrie du vin.

30 Pour éliminer les pertes d'alcool par évaporation et pour réduire la consommation des douves de bois de chêne, on a conçu et appliqué sur une grande échelle un procédé de maturation de boissons fortes en réservoir (Cf. "Règles fondamentales de la production des alcools du genre cognac",
35 Ed. Ministère de l'industrie alimentaire de l'URSS, 1978, pp. 12-16).

Ledit procédé prévoit une préparation spéciale préalable

des douves de bois de chêne. L'une des variantes de cette préparation consiste à tremper les douves dans des solutions alcalines à températures élevées pendant plusieurs jours. Ensuite on place dans un réservoir les douves qui ont subi la trempe, on les recouvre d'un alcool destiné à la fabrication du cognac et on les laisse vieillir en présence des douves pendant 3 à 5 ans en pratiquant une saturation en oxygène périodique. On sépare les douves du produit final obtenu. Afin d'extraire l'alcool résiduel des douves usées, on les soumet à un traitement spécial : par exemple, on les recouvre d'eau, on les abandonne pendant 12 jours et on soumet à la distillation le mélange eau-alcool obtenu. Ce procédé demande beaucoup de temps, le taux d'extraction de l'alcool résiduel des douves usées est assez bas, et la qualité de cet alcool est insuffisante. En outre, l'extraction de l'alcool résiduel des douves usées exige beaucoup de main d'oeuvre.

Pour réduire la durée du vieillissement et améliorer la qualité de l'alcool destiné à la fabrication du cognac, on prévoit, dans ce procédé au réservoir, on soumet les alcools jeunes destinés à la fabrication des cognacs à un enrichissement préalable (avant vieillissement) en constituants du bois (substances phénoliques) par des procédés connus, dont l'un est un procédé de traitement thermique de la solution dans un réservoir émaillé contenant des douves de bois de chêne, à une température de 35 à 45°C, pendant 30 à 50 jours.

Toutefois, un tel mode d'enrichissement préalable en substances polyphénoliques de l'alcool destiné à la fabrication des cognacs est, de même que les autres, peu efficace. En effet, aucun de ces procédés ne permet de réduire sensiblement la durée de la maturation des boissons fortes.

On connaît encore un procédé de maturation des boissons fortes, qui prévoit une humidification préalable (avant vieillissement) des douves de bois de chêne par du peroxyde d'hydrogène, suivie de leur activation par

traitement thermique en milieu oxygène sous une pression de 0,314 à 0,490 MPa, à une température de 120 à 150 °C pendant 12 à 24 heures (cf. certificat d'auteur URSS N° 798 170). Ensuite on sèche à l'air les douves de bois
5 activées et on les introduit dans l'alcool destiné à produire le cognac et que l'on fait vieillir en présence des douves pendant 3 à 5 ans. Puis on sépare la boisson des douves. Le processus de traitement thermique, dans ce procédé, est long, la désactivation de la capacité
10 antioxydante des polyphénols du bois de chêne intervient essentiellement à la surface dudit bois étant donné que la désactivation de la capacité antioxydante des polyphénols difficilement accessibles dans son volume intérieur au moyen de ce procédé de traitement n'est pas efficace.
15 Le procédé ne permet pas d'obtenir un produit ayant de hautes propriétés organoleptiques, il exclut la possibilité d'activation des douves de bois de chêne usées et leur remise en service.

Ainsi, l'état de la technique antérieure ne permet
20 pas de réduire la durée du processus de maturation des boissons fortes tout en obtenant de hautes qualités organoleptiques du produit fini, ainsi que de réutiliser les douves usées.

On s'est donc proposé, en procédant à l'activation
25 des douves de bois de chêne usées par désactivation de la capacité antioxydante de leurs phénols intérieurs, leur extraction accélérée vers la surface des douves et leur oxydation subséquente avec leur dissolution dans l'alcool, de créer un procédé de maturation des boissons fortes permettant d'intensifier sensiblement l'obtention d'un
30 produit final ayant de hautes propriétés organoleptiques.

La solution consiste en un procédé de maturation des boissons fortes qui comprend l'activation de douves de bois de chêne par leur traitement thermique dans un
35 milieu oxygéné, le vieillissement de la boisson forte en présence des douves de bois de chêne activées et la séparation de la boisson forte vieillie des douves, caractérisé,

suivant l'invention, en ce qu'on soumet à un traitement thermique les douves de bois de chêne obtenues après séparation de la boisson forte vieillie par action cyclique sur lesdites douves d'un champ électromagnétique multimodes d'ondes stationnaires d'une fréquence de 2000 à 4500 MHz jusqu'à une température d'échauffement de 35 à 55°C avec balayage simultané par le milieu oxygéné et extraction des vapeurs d'alcool des douves de bois de chêne jusqu'à une teneur résiduelle en ledit alcool de 5 à 10%, et entre les cycles d'action du champ électromagnétique multimodes on soumet les douves à un refroidissement jusqu'à une température de 15 à 25°C par le milieu oxygéné, et on piège les vapeurs d'alcool précitées dans le milieu oxygéné et on les condense.

En règle générale, dans les procédés connus, les douves usées contiennent 25 à 70% d'alcool.

L'emploi du champ électromagnétique multimodes d'ondes stationnaires (alimentation en énergie de très haute fréquence) lors du traitement thermique des douves de bois de chêne permet, grâce à la sélectivité de la dissipation de l'énergie électromagnétique, de créer de hauts potentiels thermodynamiques locaux entre les enveloppes des parois des douves, ce qui contribue à un déplacement intense des composés phénoliques, dissous dans l'alcool, vers leur surface extérieure et à leur oxydation par le milieu oxygéné balayant les douves, par exemple par l'air. Lors du refroidissement des douves, en l'absence d'alimentation en énergie de très haute fréquence, par le milieu oxygéné, jusqu'à une température de 15 à 25°C, il se produit un écoulement par effusion du milieu oxygéné dans les micro-capillaires des douves, ce qui crée des conditions favorables à l'oxydation des polyphénols intérieurs en présence de leur capacité antioxydante désactivée au cours du traitement par le champ électromagnétique de très haute fréquence. Ainsi, les polyphénols intérieurs sont eux aussi oxydés en substances facilement solubles, se dissolvent au sein de l'alcool et, par thermodiffusion en-

même temps que celui-ci, passent sous forme de liquide et de vapeur à la surface extérieure des douves. A l'interface entre les corps solides (douve) et le gaz, l'alcool s'évapore et est piégé par le milieu oxygéné, tandis que les polyphénols intérieurs oxydés en substances facilement solubles se déposent à la surface des douves en activant celles-ci.

La limite inférieure de 35 °C de la température jusqu'à laquelle on chauffe les douves est déterminée par l'intensité du processus d'extraction des composés phénoliques, qui est proportionnelle au gradient de température. La limite supérieure de la température, qui est de 55°C, est fixée d'après les indices de qualité des boissons.

Comme indiqué dans ce qui précède, l'action cyclique du champ électro-magnétique multimodes est exercée jusqu'à ce que la teneur résiduelle des douves en alcool soit de 5 à 10%, et ce, afin que l'utilisation de ladite énergie de très haute fréquence soit économiquement avantageuse.

Le procédé revendiqué de maturation des boissons fortes permet :

- de réduire le prix de revient du produit fini grâce à la réutilisation des douves de bois de chêne usées au cours de la maturation des boissons fortes;
- d'intensifier considérablement le processus de maturation des boissons fortes en réduisant leur temps de maturation jusqu'à 10 à 15 mois;
- de combiner le processus d'activation des douves usées avec le processus d'extraction de l'alcool résiduel desdites douves jusqu'à une teneur finale de 5 à 10%;
- d'améliorer les propriétés organoleptiques du produit final;
- de créer une technologie sans déchets (les douves traitées à nouveau et appauvries en substances phénoliques étant transmises pour réutilisation à l'industrie du bois);
- d'accélérer le processus de thermoactivation des

douves et de réduire à 30 minutes sa durée qui était de 12 à 24 heures.

Le procédé proposé de maturation des boissons fortes est simple du point de vue technologique et est mis en pratique de la manière suivante.

Après séparation de la boisson forte vieillie, on place les douves de bois de chêne à teneur en alcool résiduel de 25 à 70% dans un récipient étanche réalisé, par exemple, en polytétrafluoréthylène ou en verre, et on les traite thermiquement en faisant agir sur elles un champ électromagnétique multimodes d'ondes stationnaires d'une fréquence de 2000 à 4500 MHz jusqu'à une température de 35 à 55°C, en effectuant simultanément un balayage desdites douves par un fluide oxygéné.

La durée d'échauffement est déterminée par la puissance du dispositif à THF irradiant, et elle est calculée en fonction de l'énergie de chauffage des douves, de l'alcool, de son énergie de migration et de l'énergie de changement de phase. Elle peut aller de 60 à 300 s.

Au cours de cette action dudit champ, l'alcool contenu dans les douves se déplace par diffusion sous la forme d'un liquide et de vapeur vers leur surface, se volatilise et est piégé par le milieu oxygéné de balayage.

Après suppression du champ électromagnétique multimodes, on abaisse la température des douves jusqu'à 15 à 25°C, par échange de chaleur avec le milieu oxygène de balayage. Ensuite on soumet à nouveau les douves à l'action d'un champ électromagnétique multimodes et on les refroidit. Les vapeurs d'alcool sont piégées par le milieu oxygéné, arrivent au réfrigérant et sont condensées. L'alcool condensé arrive dans un collecteur.

On effectue le traitement thermique précité des douves jusqu'à ce que leur teneur résiduelle en alcool atteigne 5 à 10%.

On utilise les douves ainsi activées pour la maturation des boissons fortes en faisant vieillir ces boissons en leur présence.

Puis on sépare la boisson forte vieillie des douves usées.

5 D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention seront mieux comprises à la lecture de la description suivante de plusieurs exemples de réalisation concrets mais non limitatifs.

Exemple 1.

10 On place des douves de bois de chêne usées à teneur en alcool de 25% après la séparation de la boisson forte vieillie dans un récipient étanche en polytétrafluoréthylène et on les y soumet à un traitement thermique cyclique par un champ multimodes électromagnétique d'ondes stationnaires engendré à la fréquence de 2000 MHz jusqu'à une température d'échauffement de 35°C avec balayage simultané par l'air. La durée du traitement thermique au cours d'un cycle est de 60 s, la durée totale du traitement étant de 15 minutes. Entre les cycles d'action du champ électromagnétique on refroidit les douves à l'air jusqu'à la température de 25°C. Au cours du traitement thermique les vapeurs d'alcool sont extraites des douves. L'action cyclique par le champ électromagnétique est poursuivie jusqu'à ce que la teneur résiduelle des douves en alcool soit de 5%. On piège les vapeurs d'alcool dans le milieu oxygéné, on les dirige sur un réfrigérant où on les condense et d'où on les envoie ensuite dans un récipient collecteur. On fait vieillir la boisson forte en présence des douves activées à teneur résiduelle en alcool de 5% pendant 10 mois, après quoi on sépare des douves la boisson forte vieillie.

30 La qualité du produit final est caractérisée par les indices suivants :

teneur en phénols globaux, mg/l	210,0
lignine, mg/l	360,0
aldéhydes aromatiques, mg/l	12,6
35 taux d'oxydation des polyphénols, %	41,5

Exemple 2.

On place des douves de bois de chêne usées à teneur

en alcool de 70% après séparation de la boisson forte
 vieillie dans un récipient étanche en verre et on les y
 soumet à un traitement cyclique par un champ électromagné-
 tique multimodes d'ondes stationnaires engendré à la
 5 fréquence de 4500 MHz jusqu'à une température d'échauffement
 de 45°C pendant 180 s avec balayage simultané par l'air. La
 durée du traitement thermique d'un cycle est de 180 s, la
 durée totale est de 20 minutes. Entre les cycles d'action
 du champ électromagnétique on refroidit les douves
 10 par l'air jusqu'à la température de 20°C. Au cours du
 traitement thermique, les vapeurs d'alcool sont extraites
 des douves. L'action cyclique du champ électromagnétique
 est poursuivie jusqu'à ce que la teneur résiduelle des
 douves en alcool devienne égale à 10%. On piège les
 15 vapeurs d'alcool dans le milieu oxygéné, on les dirige sur
 un réfrigérant où on les condense et ensuite on les admet
 dans un collecteur.

On fait vieillir la boisson forte en présence des
 douves activées à teneur résiduelle en alcool de 10% pen-
 20 dant 12 mois, après quoi on sépare des douves la boisson
 forte ayant subi la maturation.

La qualité du produit final est caractérisée par les
 indices suivants :

	teneur en phénols globaux, mg/l	305,0
25	lignine, mg/l	325,0
	aldéhydes aromatiques, mg/l	13,8
	taux d'oxydation des polyphénols, %	40,0

Exemple 3.

On place des douves de bois de chêne usées, à teneur
 30 en alcool de 50%, après séparation de la boisson forte
 vieillie, dans un récipient étanche en polytétrafluoréthylène
 et on les y soumet à un traitement thermique cyclique par
 un champ électromagnétique multimodes d'ondes station-
 naires, qui est engendré à la fréquence de 3500 MHz jus-
 35 qu'à une température d'échauffement de 55°C avec balayage
 simultané par l'air. La durée du traitement thermique d'un
 cycle est de 300 s, la durée totale est de 30 minutes.

Entre les cycles d'action on refroidit les douves jusqu'à la température de 15°C. Au cours du traitement thermique on extrait les vapeurs d'alcool. L'action cyclique du champ électromagnétique est effectuée jusqu'à une teneur résiduelle des douves en alcool de 8%. On piège les vapeurs d'alcool dans le milieu oxygéné, on les dirige sur un réfrigérateur où on les condense et ensuite on les envoie dans un collecteur.

On fait vieillir la boisson forte en présence de douves de bois de chêne à teneur résiduelle en alcool de 8% pendant 15 mois, après quoi on sépare la boisson forte des douves.

La qualité du produit final est caractérisée par les indices suivants :

	teneur en phénols globaux, mg/l	380,0
	lignine, mg/l	305,0
15	aldéhydes aromatiques, mg/l	14,3
	taux d'oxydation des polyphénols, %	40,0

RE V E N D I C A T I O N S

1. Procédé de maturation de boissons fortes, comprenant
l'activation de douves de bois de chêne par leur traitement
thermique en présence d'un milieu oxygéné, le vieillissement
de la boisson forte en présence des douves de bois de chêne
5 activées, et la séparation des douves de la boisson forte
vieillie, caractérisé en ce qu'on fait subir aux douves
obtenues après la séparation de la boisson forte vieillie,
un traitement thermique par action cyclique sur lesdites
douve d'un champ électromagnétique multimodes d'ondes
10 stationnaires d'une fréquence de 2000 à 4500 MHz jusqu'à
une température d'échauffement de 35 à 55°C avec balayage
simultané par un fluide oxygéné, avec extraction des douves
des vapeurs d'alcool jusqu'à ce que la teneur résiduelle
des douves en alcool soit de 5 à 10%, et en ce que, entre
15 les cycles d'action du champ électromagnétique multimodes,
les douves sont refroidies par le milieu oxygéné jusqu'à
une température de 15 à 25°C, et les vapeurs d'alcool sont
piégées par le milieu oxygéné et condensées.

2. Boissons fortes fabriquées à partir d'alcools,
20 caractérisées en ce qu'elles sont obtenues par le procédé
de maturation faisant l'objet de la revendication 1.